

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель генерального директора -
заместитель по научной работе

ФГУП «ВНИИФТРИ»

А.Н. Щипунов

01 2020 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Хроматографы ионные Dionex ICS-6000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

651-19-040 МП

р.п. Менделеево
2020 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ.....	3
2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ.....	3
3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ.....	4
4. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ.....	5
5. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ.....	9
ПРИЛОЖЕНИЕ А.....	10
ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	12
ПРИЛОЖЕНИЕ В.....	19

Настоящая методика распространяется на хроматографы ионные Dionex ICS-6000 (далее – хроматографы), изготавливаемые компанией «Thermo Fisher Scientific Inc.», США и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполнить операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Операции поверки

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр	4.1	+	+
2 Опробование:	4.2	+	+
- проверка идентификационных данных ПО	4.2.1	+	+
- определение уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала	4.2.2	+	+
- определение дрейфа нулевого сигнала	4.2.2	+	+
- определение чувствительности (отношение сигнал/шум)	4.2.2	+	+
3 Определение метрологических характеристик:	4.3	+	+
- определение относительного среднего квадратического отклонения выходных сигналов	4.3.1	+	+
- определение относительного изменения выходных сигналов за 8 часов непрерывной работы	4.3.4	+	+

1.2 Допускается проведение поверки отдельных измерительных каналов, которые используются при эксплуатации по соответствующим пунктам настоящей методики поверки. Соответствующая запись делается в эксплуатационных документах и свидетельстве о поверке на основании решения эксплуатирующей организации.

2 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки необходимо применять средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Средства поверки

Номер пункта методики поверки	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки
3.4, 4.3.1, 4.3.2	ГСО 7793-2000 состава нитрат-ионов, массовая концентрация нитрат-ионов 1 г/дм ³ , относительная погрешность $\pm 1\%$
3.4, 4.3.1, 4.3.2	ГСО 7775-2000 состава ионов натрия, массовая концентрация ионов натрия 1 г/дм ³ , относительная погрешность $\pm 1\%$
3.4, 4.3.1, 4.3.2	Кофеин по ФС 42-0249-07 (1,3,7-Триметил-1Н-пурин-2,6(3Н.7Н)-дион, C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₂ , М.м. 194,19, содержание основного вещества не менее 99 %)
3.4, 4.3.2	МСО 0389:2002 состава раствора глюкозы, концентрация глюкозы 10,00 ммоль/дм ³
3.4, 4.2.5, 4.3.1, 4.3.2	Раствор резерпина по ФС 423267-96
3.4, 4.2.5, 4.3.1, 4.3.2	Вода для лабораторного анализа (бидистиллированная или деионизованная) по ГОСТ 25661-83
3.4, 4.2.5, 4.3.1, 4.3.2	Ацетонитрил для жидкостной хроматографии по ТУ 6-09-14-2
3.4, 4.3.1, 4.3.2	Гидроксид натрия марка РМ-А по ГОСТ Р 55064-2012
3.4, 4.2.5, 4.3.1, 4.3.2	Муравьиная кислота ч.д.а по ГОСТ 5848-73

2.2 Все средства измерений и эталоны, применяемые при поверке, должны иметь действующие свидетельства о поверке установленного образца, а испытательное оборудование – действующие аттестаты установленного образца. Сроки годности СО не должны превышать заявленных.

2.3 Допускается применять аналогичные средства поверки, обеспечивающие определение метрологических характеристик поверяемого хроматографа с требуемой точностью.

3 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

3.1 При проведении поверки необходимо соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность от 30 до 80 %;
- атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа;
(от 630 до 800 мм рт. ст.)
- напряжение сети (230 ± 23) В;
- частота (50 ± 1) Гц.

3.2 Подготовительные работы выполнить в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

3.3 Перед проведением поверки приготовить контрольные растворы, назначение и содержание анализируемых компонентов в которых приведены в таблице 3.

3.4 Процедура приготовления контрольных растворов приведена в приложении А.

Таблица 3 – Контрольные растворы для поверки

Контрольный раствор:	Массовая концентрация компонента, мг/дм ³	Объем пробы, мм ³	Элюент	Скорость потока, см ³ /мин	Детектор
раствор нитрат-ионов или раствор натрий-ионов	10	25	Деионизированная вода	1,0 (все) 0,01 (капиллярные системы)	Кондуктометрический
раствор кофеина	10	25	Деионизированная вода	1,0	Фотометрический
раствор глюкозы	10	10	Гидроксид натрия 50 ммоль/дм ³	0,25	Электрохимический
раствор резерпина	0,001	10	Деионизированная вода с 0,1% муравьиной кислоты: Ацетонитрил (50:50)	0,4	Масс-селективный

4 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

4.1 Внешний осмотр

4.1.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие комплектности хроматографа паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей
- отсутствие протечек жидкостного тракта хроматографа.

4.1.2 Результаты внешнего осмотра считать положительными, если хроматограф соответствует п. 4.1.1. В противном случае хроматограф браковать и отправлять в ремонт.

4.2 Опробование

4.2.1 Проверить идентификационные параметры программного обеспечения (ПО)

При проверке идентификационных параметров ПО проверять идентификационное наименование ПО, номер версии (идентификационный номер). Идентификационные сведения о программе располагаются по следующему пути:

Help → About Chromeleon.

Функционирование программного обеспечения идентифицировать отображением на экране возможности редактирования доступных областей данных.

Идентификационные данные ПО должны соответствовать таблице 4.

Таблица 4 - Идентификационные данные ПО

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Chromeleon™
Номер версии (идентификационный номер) ПО	Не ниже 7.2.7

4.2.2 Для кондуктометрических, электрохимических и фотометрических детекторов провести определение уровня флуктуационных шумов и дрейфа нулевого сигнала. Для масс-селективных детекторов определить чувствительность (отношение сигнал/шум) в режиме «электроспрей» положительная ионизация. Для сбора данных использовать OQ/PQ шаблоны ПО Chromeleon или использовать процедуры автоматизации отчета (см. приложение Б).

Опробование производить при условиях, указанных в таблице 4, в соответствии с руководством по эксплуатации хроматографа.

Измерения проводить при отключенной колонке и подавителе (если имеется). Для этого между инжектором и детектором установить капилляр с внутренним диаметром 0,25 мм длиной 6 м. Необходимо исключить колонку из жидкостного тракта при поверке, ввиду несовместимости некоторых колонок к указанным элюентам. Необходимо отключить подавитель от электропитания и исключить из жидкостного тракта на время поверки. Включение подавителя в жидкостной тракт при поверке приводит к выходу его из строя.

Для имитации рабочего давления хроматографа между насосом и инжектором установить капилляр с внутренним диаметром 0,075 мм длиной не более 1 м. Для капиллярных систем установить капилляр с внутренним диаметром 0,001 мм длиной не более 0,4 м.

Значения дрейфа нулевого сигнала принять равным смещению нулевого сигнала в течение 1 часа.

Для электрохимических детекторов: установить Au-сменный или полируемый электрод, режим интегрированная амперометрия, волна AAA, (pH, Ag/AgCl референсный электрод).

После выхода хроматографа на режим записать в течение часа нулевой сигнал детектора.

Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала (Δx) принять равным максимальному значению амплитуды повторяющихся колебаний нулевого сигнала с периодом не более 20 сек (пример настройки расчета шума представлен на рисунке 4 приложения Б).

Значения дрейфа нулевого сигнала принять равным смещению нулевого сигнала в течение 1 часа.

Таблица 5 – Условия, при которых проводится опробование

Условия проверки	Детекторы			
	Кондуктометрические (CD)	Электрохимическое (ED)	Фотометрические (VWD)	Масс-селективные (ISQ)
Элюент	Деионизованная вода	Гидроксид натрия 50 ммоль/дм ³	Деионизованная вода	Деионизованная вода с 0,1 % муравьиной кислотой: ацетонитрил (50:50)
Скорость потока элюента	1,0 см ³ /мин	0,25 см ³ /мин	1,0 см ³ /мин	0,4 см ³ /мин

Условия проверки	Детекторы			
	Кондуктометрические (CD)	Электрохимические (ED)	Фотометрические (VWD)	Масс-селективные (ISQ)
Контрольный раствор (концентрация)	Раствор нитрат-ионов или натрий-ионов, 10 мг/дм ³	Раствор глюкозы, 10 мг/дм ³	Раствор кофеина 10 мг/дм ³	Раствор резерпина 1 мкг/дм ³
Объем вкола пробы	25 мм ³	10 мм ³	25 мм ³	10 мм ³
Контрольного раствора				
Длина волны	-	-	254 нм	-
Постоянная времени	1 с	2 с	2 с	-
Режим ионизации	-	-	-	«Электроспрей» положительная ионизация
Значение массового числа	-	-	-	609,3 а.е.м.

4.2.3 Значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала не должны превышать значений из таблицы 6.

Таблица 6 – Значения уровня флуктуационных шумов нулевого сигнала, не более

Детектор	Характеристика
Кондуктометрический	$0,2 \cdot 10^{-9}$ См
Электрохимический	$0,05 \cdot 10^{-9}$ Кл
Фотометрический	$40 \cdot 10^{-6}$ Б

4.2.4 Значения дрейфа нулевого сигнала не должны превышать значений из таблицы 7.

Таблица 7 - Значения дрейфа нулевого сигнала, не более

Детектор	Характеристика
Кондуктометрический	$20 \cdot 10^{-9}$ См/ч
Электрохимический	$60 \cdot 10^{-9}$ Кл/ч
Фотометрический	$200 \cdot 10^{-6}$ Б/ч

4.2.5 Определение чувствительности (отношения сигнал/шум) для масс-селективного детектора в режиме «электроспрей» положительная ионизация.

Контрольным веществом является резерпин. Определение проводить в соответствии с условиями таблицы 5.

Установить инжекционную петлю в инжекционный вентиль. Выбрать петлю, вместимость которой равна объему вводимой пробы, указанному в таблице 5. Установить скорость потока элюента согласно таблице 5 и задать режим сканирования масс-спектрометрического детектора. Включить регистрацию масс-спектрометрических данных. С помощью шприца заполнить петлю контрольным раствором и выполнить ввод содержимого петли в поток элюента из хроматографа.

Отношение сигнал/шум определить с помощью системы обработки данных (см. п. 3 приложения Б).

Значения отношения сигнал/шум для масс-селективного детектора должно быть не менее 500:1.

4.2.6 Результаты опробования считать положительными, если выполняются требования п.п. 4.2.1, 4.2.3, 4.2.4, 4.2.5. В противном случае хроматограф браковать и отправить в ремонт.

4.3 Определение метрологических характеристик

4.3.1 Определение относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала

Измерения проводить после процедур опробования и выхода хроматографа на режим. Условия выполнения измерений должны соответствовать п.3.1.

4.3.1.1 Контрольный раствор (таблица 3) вводить в хроматограф не менее 10 раз, измерить значения выходного сигнала с помощью программы Chromeleon™ (времени удерживания и площади пика), далее вычислить среднее арифметическое значение выходного сигнала (\bar{X}_y , $\bar{X}_п$).

4.3.1.2 Относительное среднее квадратическое отклонение выходного сигнала рассчитать по формуле:

$$S = \frac{100}{\bar{X}} \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

где $X_y(n)_i$ – i-ое значение параметра выходного сигнала (площади пика, времени удерживания).

4.3.1.3 Результаты поверки считать положительными, если значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала (S_y , $S_п$) не более норм, приведенных в столбцах 2, 3 таблицы 7. В противном случае хроматограф браковать и отправить в ремонт.

4.3.2 Определение относительного изменения выходного сигнала за 8 часов непрерывной работы

Условия измерений аналогичны, описанным в п.3.1. Провести повторно операции по п.4.3.1.1.

4.3.2.1 Относительное изменение выходного сигнала (времени удерживания и площади пика) за 8 часов непрерывной работы хроматографа рассчитать по формуле:

$$\delta_{y(n)} = \frac{\bar{X}_t y(n) - \bar{X}_y(n)}{\bar{X}_y(n)} \cdot 100 \quad (2)$$

где $\bar{X}_t y(n)$ – среднее арифметическое значение выходного сигнала через 8 часов непрерывной работы.

4.3.2.2 Результаты поверки считать положительными, если значения относительного изменения выходного сигнала не превышают норм, приведенных в столбце 4 таблицы 7. В противном случае хроматограф браковать и отправлять в ремонт.

Таблица 7 – Значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала и относительного изменения выходного сигнала за 8 часов

Детектор	Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов (%), не более		Относительное изменение выходного сигнала площади пика за 8 часов непрерывной работы, (%)
	Время удерживания	Площадь пика	
Кондуктометрический CD	0,5	0,5	±3,0

Детектор	Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов (%), не более		Относительное изменение выходного сигнала площади пика за 8 часов непрерывной работы, (%)
	Время удерживания	Площадь пика	
Электрохимической ED	1,5	2,0	±3,0
Фотометрический VWD	1,5	3,0	±5,0
Масс-селективный ISQ	-	5,0	±5,0

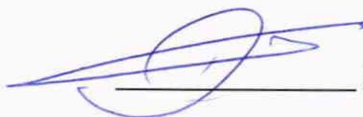
5 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

5.1 Результаты поверки хроматографов занести в протокол (пример протокола в Приложении В).

5.2 При положительных результатах поверки хроматограф признается годным, при отрицательных результатах поверки хроматограф к дальнейшей эксплуатации не допускается.

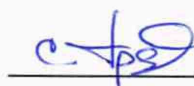
5.3 Результаты поверки хроматографов подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. По заявлению владельца хроматографа или лица, предоставившего его на поверку, на хроматограф выдается свидетельство о поверке (при положительных результатах поверки) или извещение о непригодности к применению (при отрицательных результатах поверки).

Начальник НИО-6



Добровольский В.И.

Начальник лаборатории 630 НИО-6



Прокунин С.В.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

А.1 МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ КОНТРОЛЬНЫХ РАСТВОРОВ

Методика предназначена для приготовления контрольных растворов кофеина, нитрат-иона, натрий-иона, раствора глюкозы.

СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

А.1.1 ГСО 7793-2000 состава нитрат-иона, массовая концентрация нитрат-ионов $1,00 \text{ г/дм}^3$, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\text{СО} \pm 1 \%$;

А.1.2 ГСО 7775-2000 состава ионов натрия, массовая концентрация ионов натрия $1,00 \text{ г/дм}^3$, границы допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения $\text{СО} \pm 1 \%$;

А.1.3 МСО 0389:2002 состава раствора глюкозы, концентрация глюкозы $10,00 \text{ ммоль/дм}^3$;

А.1.4 Кофеин по ФС 42-0249-07 (1,3,7-Триметил-1Н-пурин-2,6(3Н.7Н)-дион, $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$, М.м. 194,19, содержание основного вещества не менее 99 %)

А.1.5 Аттестованные смеси (растворы) резерпина (фармакопейная статья ФС 423267-96)

А.1.6 Ацетонитрил для жидкостной хроматографии, ТУ 6-09-14-2

А.1.7 Весы лабораторные по ГОСТ 24104-01, с верхним пределом взвешивания 200 г.

А.1.8 Мера массы (гири), 2-01 класс точности, ГОСТ 7328.

А.1.9 Колбы мерные наливные 2-100-2 по ГОСТ 1770-74

А.1.10 Пипетки градуированные 1-2-2-0,5 по ГОСТ 29227 (I)

А.1.11 Стаканы В-1-50ТС по ГОСТ 25336

А.1.12 Вода деионизированная, ГОСТ 25661-83;

А.1.13 Гидроксид натрия марка РМ-А по ГОСТ Р 55064-2012;

А.1.14 Муравьиная кислота ч.д.а по ГОСТ 5848-73.

А.2 ПРОЦЕДУРА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

А.2.1 Приготовление контрольного раствора нитрат-ионов с массовой концентрацией 10 мг/дм^3 .

1 см^3 раствора ГСО с массовой концентрацией нитрат-ионов 1 г/дм^3 пипеткой, вместимостью 1 см^3 внести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и довести содержимое колбы до метки деионизированной водой.

Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации нитрат-ионов в растворе не более 1,2 %.

Контрольный раствор использовать для определения метрологических характеристик кондуктометрических детекторов.

А.2.2 Приготовление контрольного раствора натрий-ионов с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

1 см^3 раствора с массовой концентрацией натрий-ионов 1 г/дм^3 пипеткой, вместимостью 1 см^3 внести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и довести содержимое колбы до метки деионизированной водой.

Относительная погрешность аттестованного значения массовой концентрации натрий-ионов в растворе не более 1,2 %.

Контрольный раствор использовать для определения метрологических характеристик кондуктометрических детекторов, в случае, если нет ГСО нитрат-иона.

А.2.3 Приготовление контрольного раствора кофеина с массовой концентрацией 10 мг/дм^3

А.2.3.1 Приготовление исходного раствора кофеина

Взвесить в стакане около 200 мг кофеина, добавить в стакан 25 см^3 деионизированной воды, перемешать. Полученный раствор перенести в мерную колбу вместимостью 100 см^3 .

Ополоснуть стакан деионизированной водой, перенести остатки в мерную колбу, довести до метки деионизированной водой, перемешать.

А.2.3.2 Приготовление контрольного раствора кофеина с массовой концентрацией 10 мг/дм³.

1 см³ исходного раствора кофеина перенести пипеткой вместимостью 1 см³ в мерную колбу, вместимостью 200 см³. Довести деионизированной водой до метки, перемешать.

Контрольный раствор использовать для определения метрологических характеристик фотометрических детекторов

А.2.4 Приготовление контрольного раствора с массовой концентрацией глюкозы 10 мг/дм³

0,55 см³ раствора глюкозы пипеткой вместимостью 1 см³ перенести в мерную колбу вместимостью 100 см³ и довести содержимое колбы до метки деионизированной водой.

Относительная погрешность приготовления контрольного раствора $\pm 1,5\%$.

Контрольный раствор использовать для определения метрологических характеристик электрохимических детектора.

А.2.5 Приготовление контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³

А.2.5.1 Приготовление исходного раствора резерпина с массовой концентрацией 1,0 мг/дм³

Взвесить в стакане 10,0 мг резерпина, добавить 25 см³ ацетонитрила, перемешать. Полученный раствор перенести в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Ополоснуть стакан ацетонитрилом, раствор перенести в мерную колбу, довести до метки ацетонитрилом, перемешать.

А.2.5.2 Приготовление раствора резерпина с массовой концентрацией 0,1 мг/дм³

1 см³ раствора, приготовленного по 2.5.1, перенести в мерную колбу вместимостью 100 см³ и довести до метки ацетонитрилом.

А.2.5.3 Приготовление контрольного раствора резерпина с массовой концентрацией 0,001 мг/дм³ (1 мкг/дм³)

1 см³ раствора, приготовленного по 2.5.2, перенести в мерную колбу вместимостью 100 см³ и довести до метки ацетонитрилом.

Погрешность приготовления контрольного раствора $\pm 5\%$.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

ПРИМЕР ОБРАБОТКИ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК В ПО Chromeleon

Данное приложение предназначено для упрощения и автоматизации процедуры расчета метрологических характеристик.

Б.1 Для расчета шума и дрейфа:

Б.1.1 Для сбора данных для расчета шума и дрейфа создать последовательность (sequence) с одной пробой в списке образцов. Хроматографирование производить без инъекции, для этого в программе Chromeleon в последовательности установить тип образца Blank (Бланк). В программе управления прибором установить соответствующую скорость потока элюента и длительность сбора данных сигнала детектора – 60 мин, прочие установки соответствующего детектора по таблице 3.

Б.1.2 Запустить последовательность

Б.1.3 После окончания работы последовательности, двойным кликом по хроматограмме, по которой ведется расчет шума и дрейфа, открывается отчет. Выбрать вкладку Summary и добавить новую колонку, нажав правую кнопку мыши и Append Column (рисунок Б1).

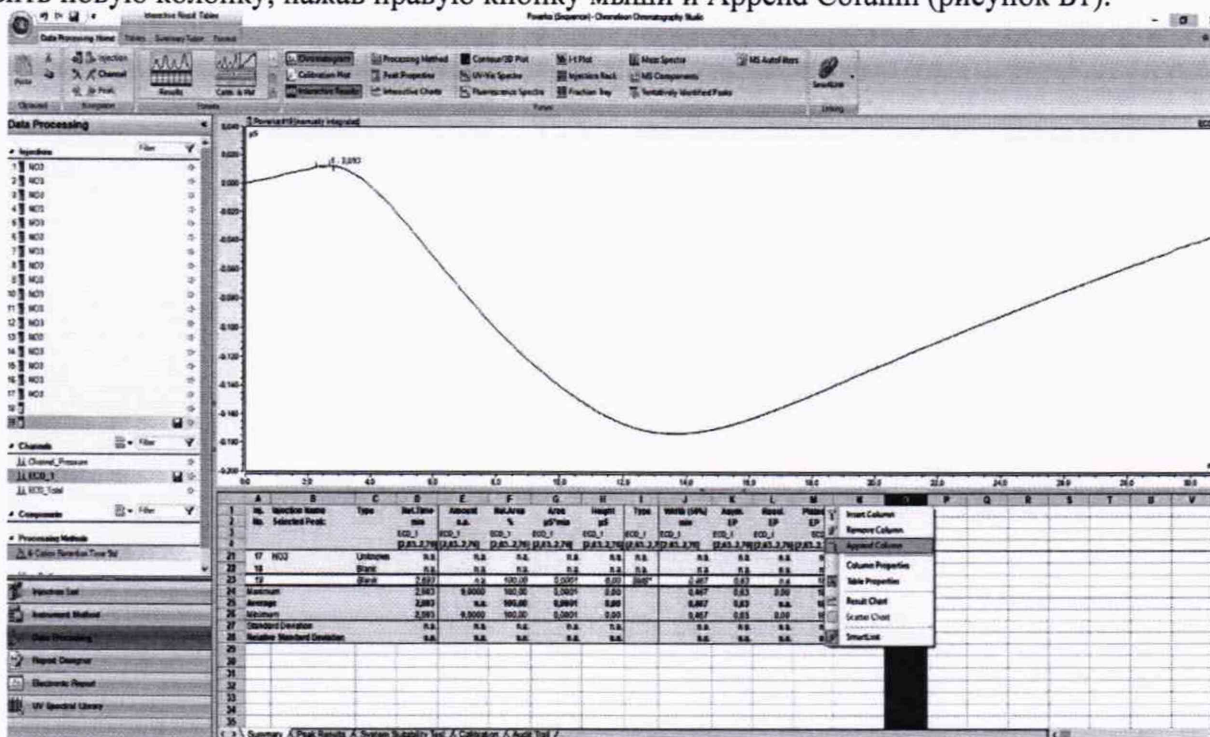


Рисунок Б1 - Добавление колонки

Б.1.4 Во всплывшем окне в параметре Formula выбрать характеристики для расчета дрейфа, нажав «...», в Categories выбрать «Chromatogram», в Variables – «Signal Drift», кликнуть «Parameters», выбрать диапазон времени, нажать «ОК» в обоих окнах, согласно рисунку Б2.

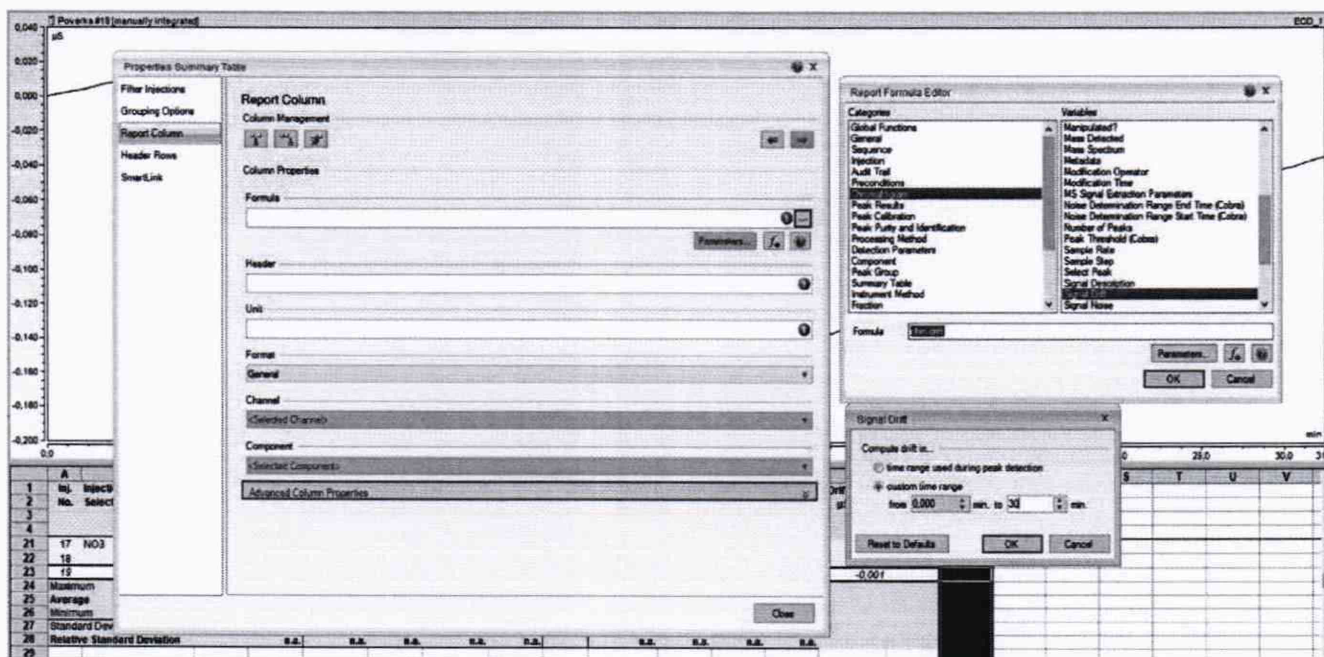


Рисунок Б2 - Настройка расчета дрейфа

Б.1.5 В рассчитываемые таким образом значения дрейфа для CD детектора по умолчанию будут в $\mu\text{S}/\text{мин}$. Для получения результата в $\mu\text{S}/\text{час}$, можно добавить множитель 60, как показано на рисунке Б3. Для других детекторов значения шума и дрейфа приводить в единицах, указанных в методике поверки.

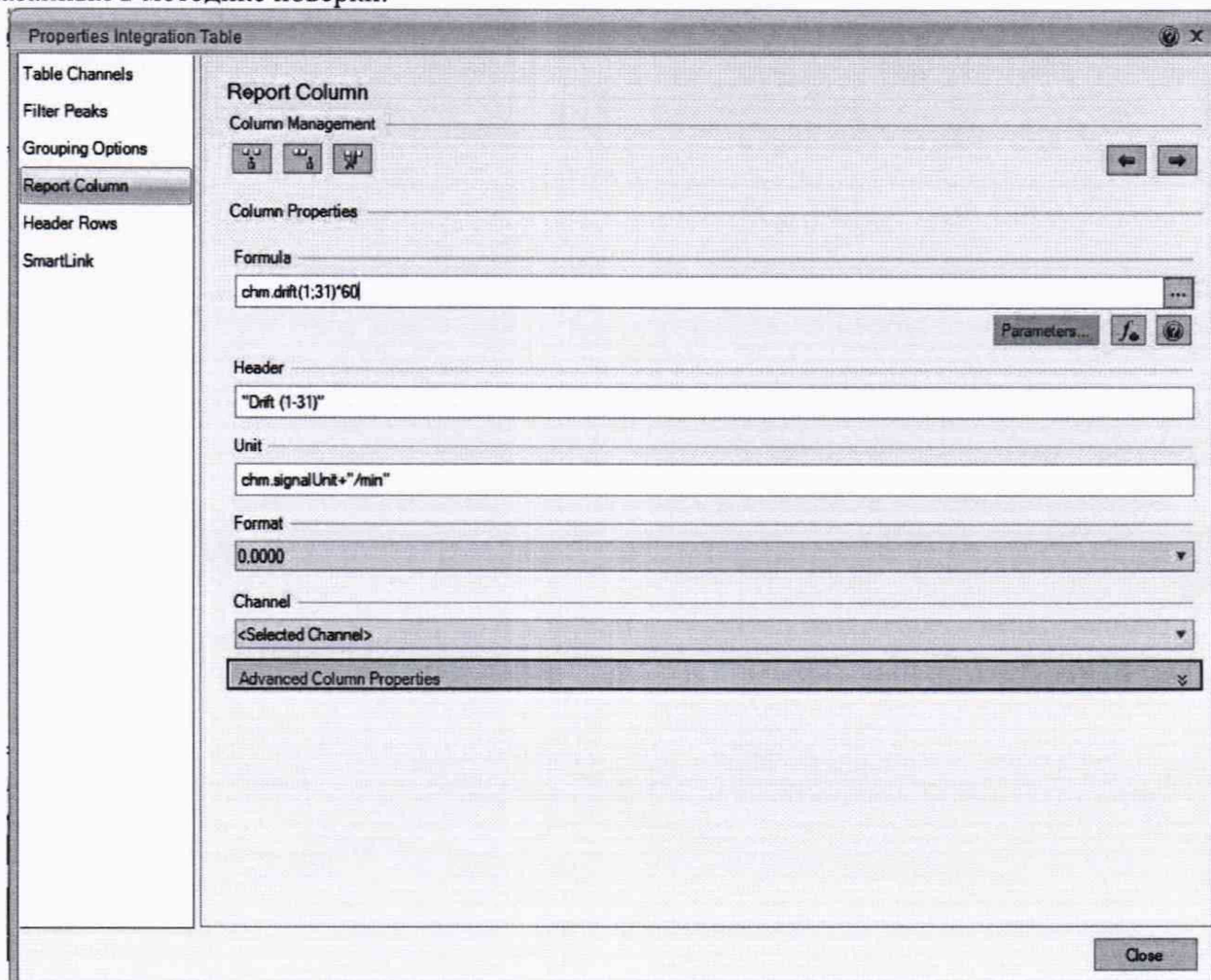


Рисунок Б3 - Множитель для пересчета в $\mu\text{S}/\text{час}$

Б.1.6 Аналогично п.2.1. добавить колонку для расчета шума с окном 20 секунд (рисунок Б4).

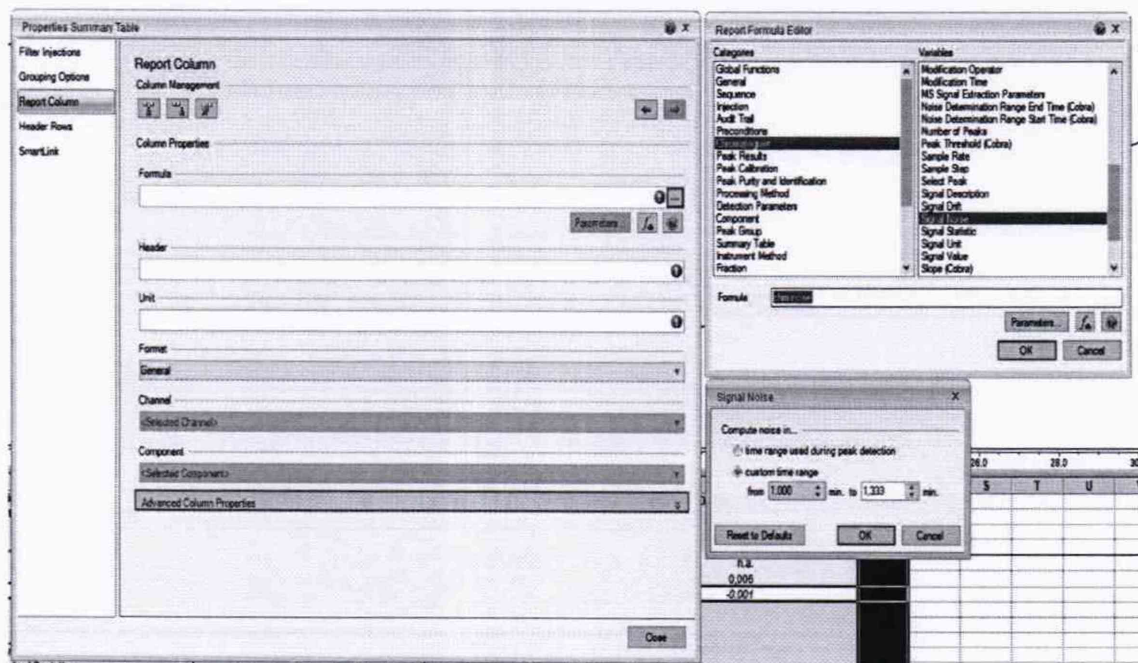


Рисунок Б4 - Настройка расчета шума с окном 20 секунд

Б.1.7 Для получения значимых данных в поле Format следует выбрать значение с максимальным количеством нулей после запятой, согласно рисунку Б5

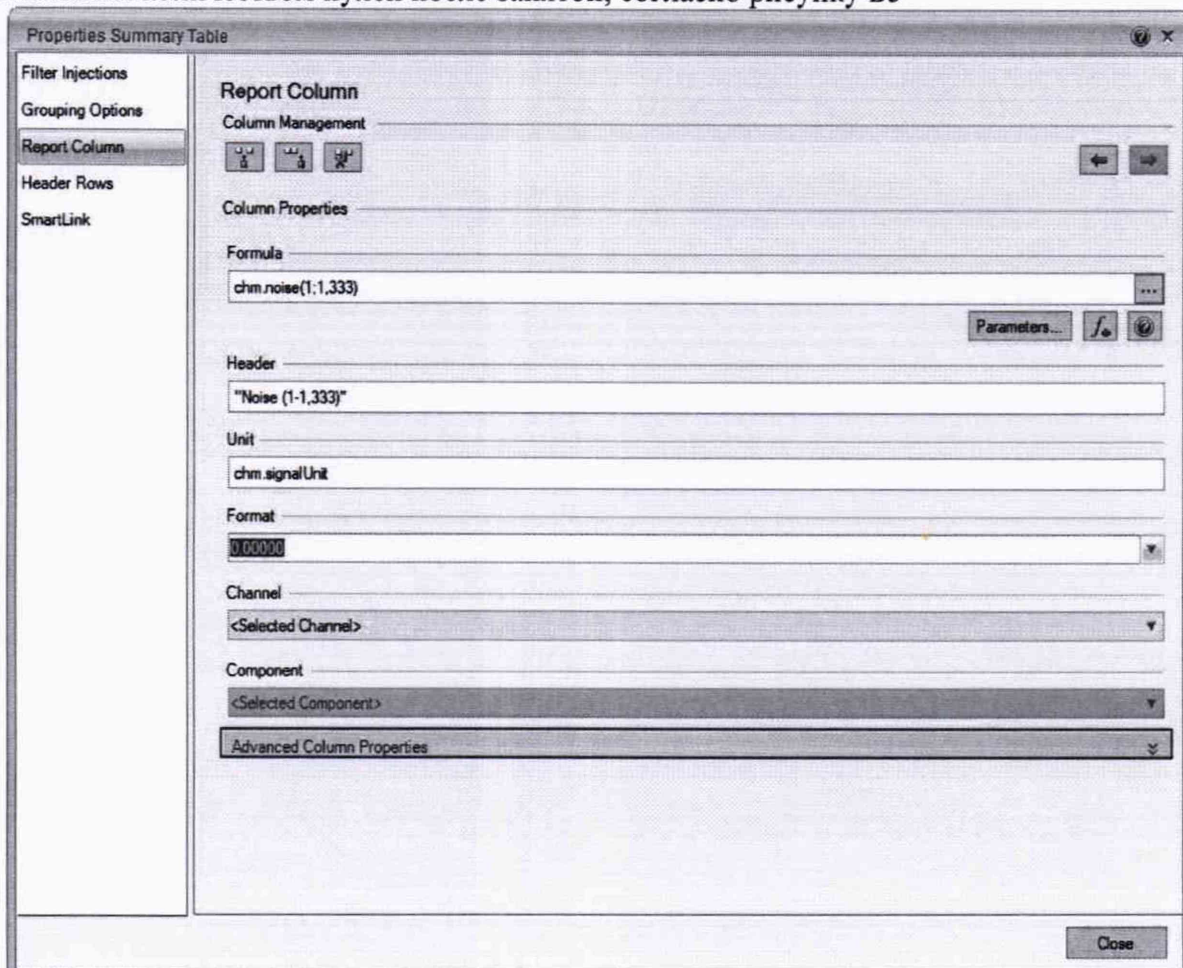


Рисунок Б5 - Настройка формата данных

Б.1.8 Полученные данные можно распечатать или сохранить в формате Excel.

Для удобства последующего использования при периодических поверках, желательно сохранить настройки, нажав на «хромелеона» в левом верхнем углу, Save – Save All, согласно рисунку Б6.

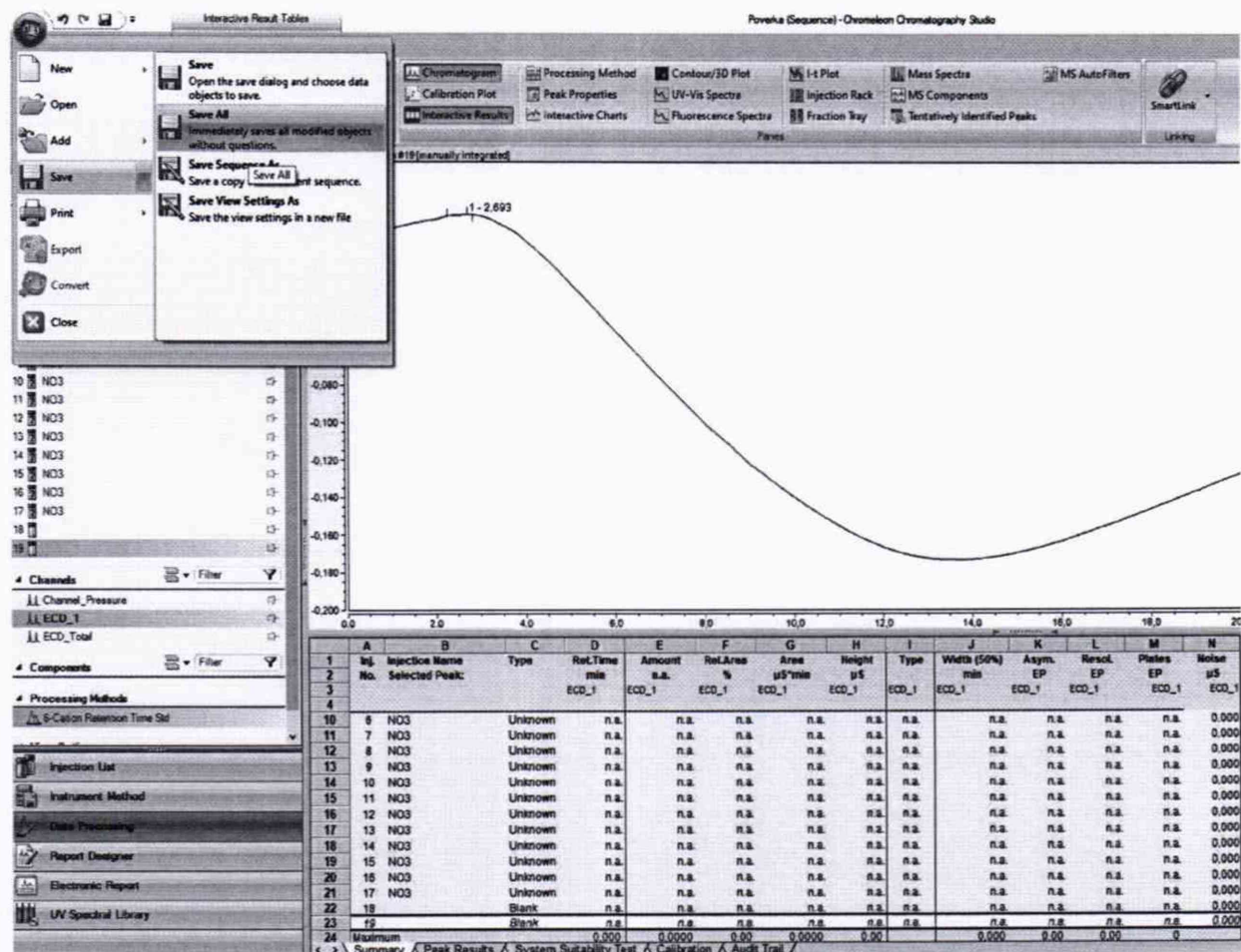


Рисунок Б6 – Сохранение настроек

Б.2 Для расчета относительного СКО выходного сигнала:

Б.2.1 Для сбора данных для расчета СКО выходного сигнала создать последовательность (sequence) с не менее 10-ю пробами в списке образцов. В последовательности установить тип образца Unknown (неизвестная проба). В программе управления прибором установить соответствующую скорость потока элюента, длительность сбора данных сигнала детектора – обычно 3 мин, прочие установки соответствующего детектора по таблице 5.

Б.2.2 Запустить последовательность

Б.2.3 После окончания работы последовательности, сочетанием клавиш Ctrl и левой клавишей мыши выделить хроматограммы, по которым ведется расчет СКО, нажимаем правую клавишу мыши, открывается меню, выбрать Compare (сравнить), канал детектора (например, CD_1). Открывается отчет. Выбрать вкладку Summary.

Б.2.4 Полученные данные можно распечатать или сохранить в формате Excel.

Б.3. Для расчета отношения сигнал/шум масс-селективного детектора:

Б.3.1 Для расчета отношения сигнал/шум использовать последовательность (sequence) для расчета СКО выходного сигнала.

Б.3.2 В последовательности, двойным кликом по хроматограмме, по которой ведется расчет отношения сигнал/шум, открывается отчет. Выбрать вкладку Summary и добавить новую колонку, нажав правую кнопку мыши и Append Column (рисунок Б7).

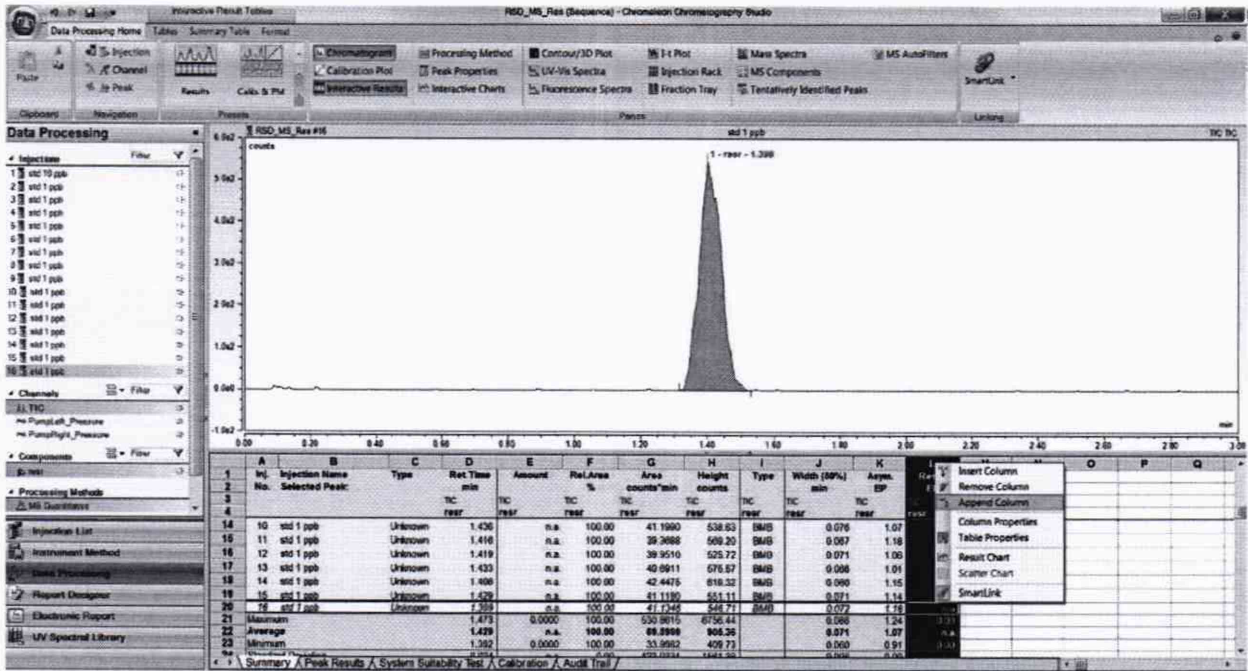


Рисунок Б7 – Добавление колонки

Б.3.3 Во всплывшем окне в параметре Formula (рисунок Б8) выбрать характеристики для расчета отношения сигнал/шум, нажав «...», в Categories выбрать «Peak Results», в Variables – «Signal-to-Noise Ratio» (рисунок Б9), кликнуть «Parameters» (рисунок Б10), выбрать метод для расчета шума (Method of noise calculation) – «Root of mean squares», выбрать диапазон времени для расчета шума (Time range for noise calculation) – «Minimum noise for number of points», выбрать количество точек (Number of points) – «50» и нажать «ОК» в обоих окнах, согласно рисунку Б10.

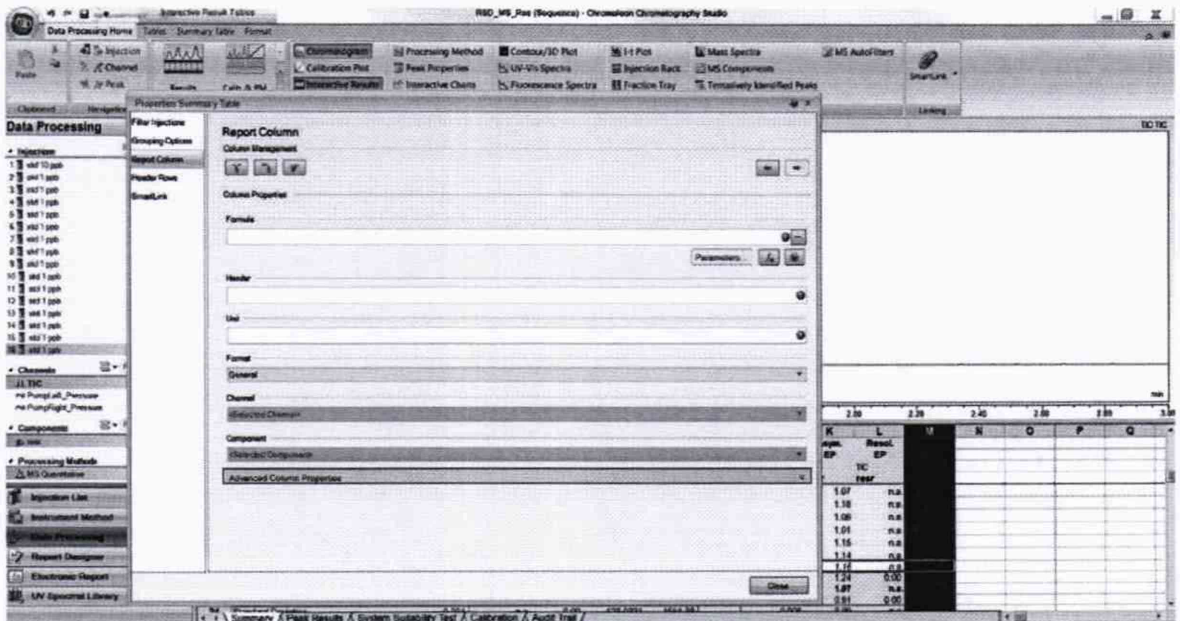


Рисунок Б8 – параметр Formula

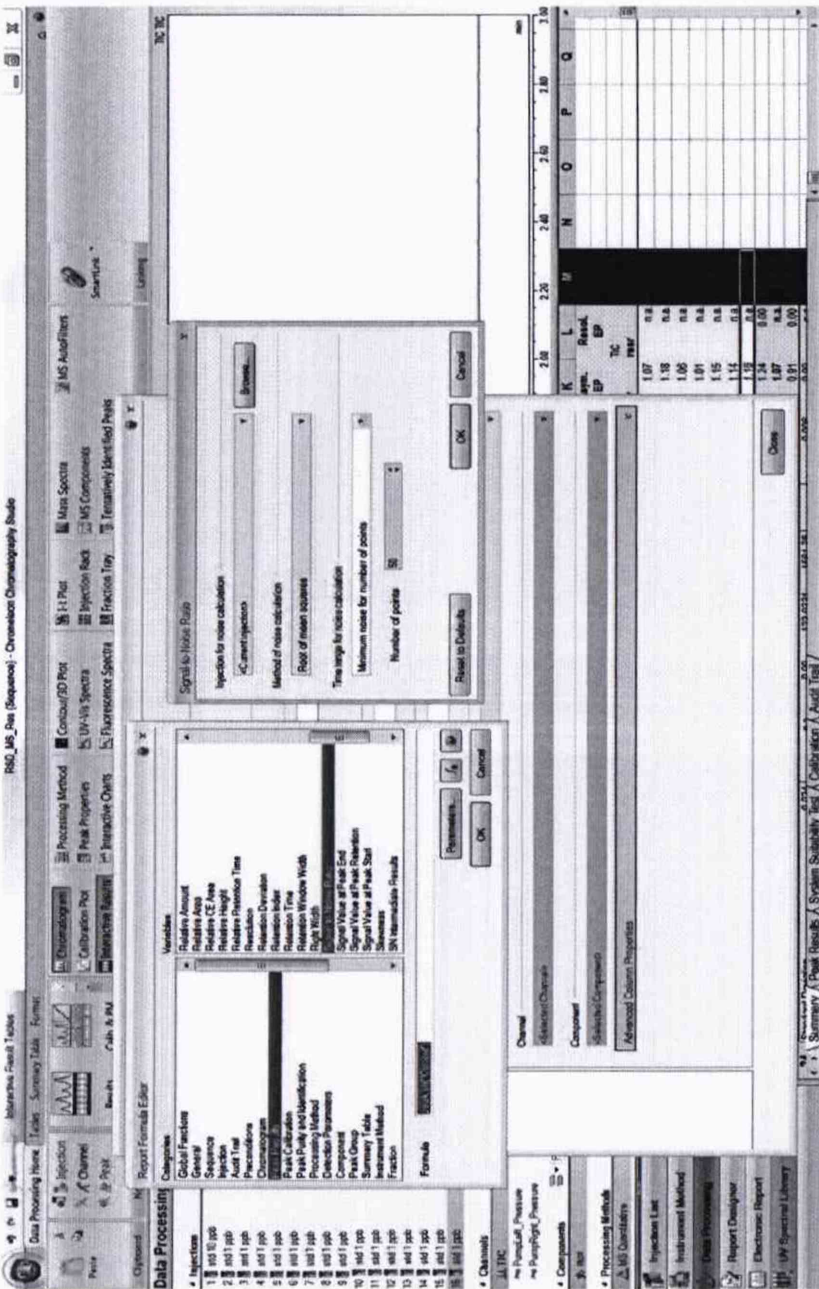


Рисунок B10 – Parameters

B.3.4 Нажать «Close», чтобы закрыть окно «Properties Summary Table» (рисунок B11).

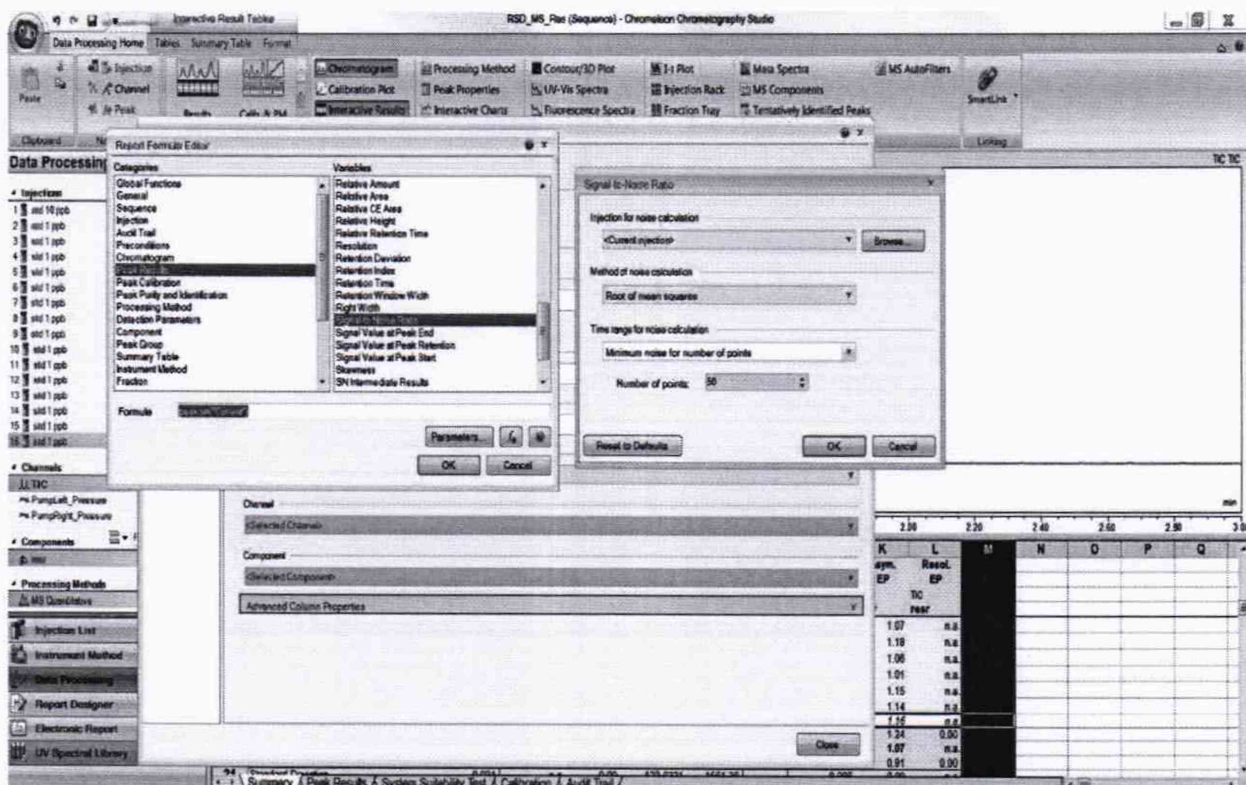


Рисунок Б11 – закрытие окна «Properties Summary Table»

Б.3.5 Полученный результат – отношение сигнал/шум можно посмотреть во вкладке «Summary», в столбце «S/N» (рисунок Б12).

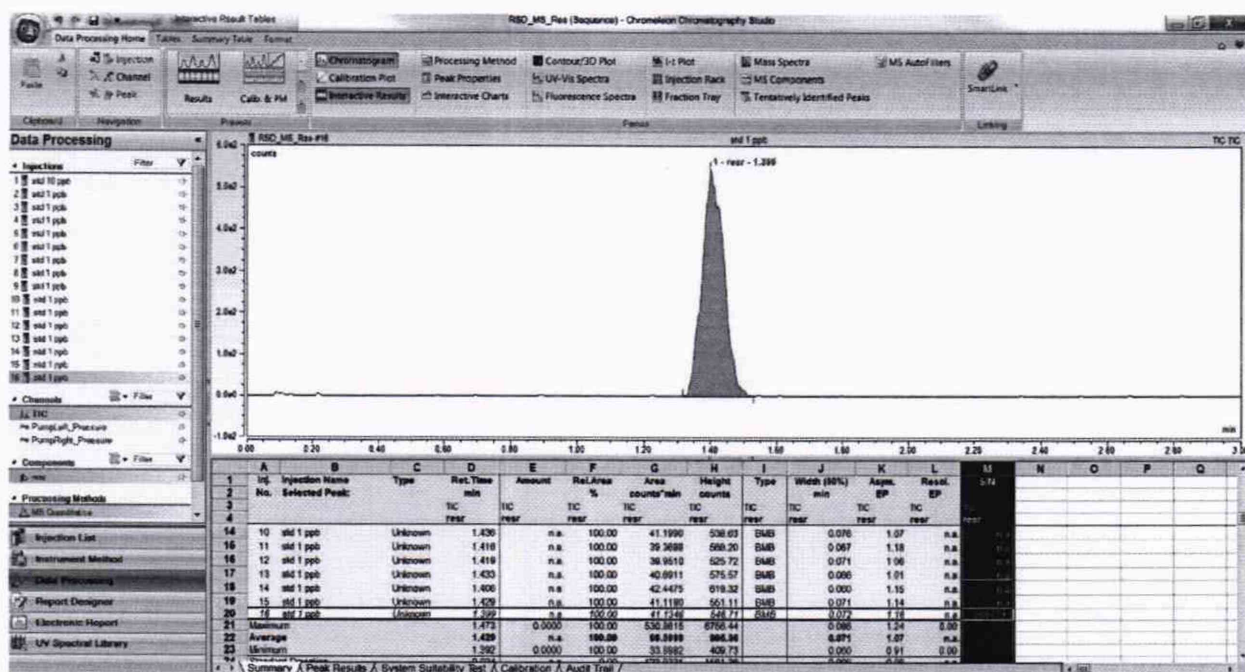


Рисунок Б12 – Полученные результаты

Б.3.6 Полученные данные можно распечатать или сохранить в формате Excel.

Для удобства последующего использования при периодических поверках, желательно сохранить настройки, нажав на «хромелеона» в левом верхнем углу, Save – Save All, согласно рисунку Б6.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ПРИМЕР ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ

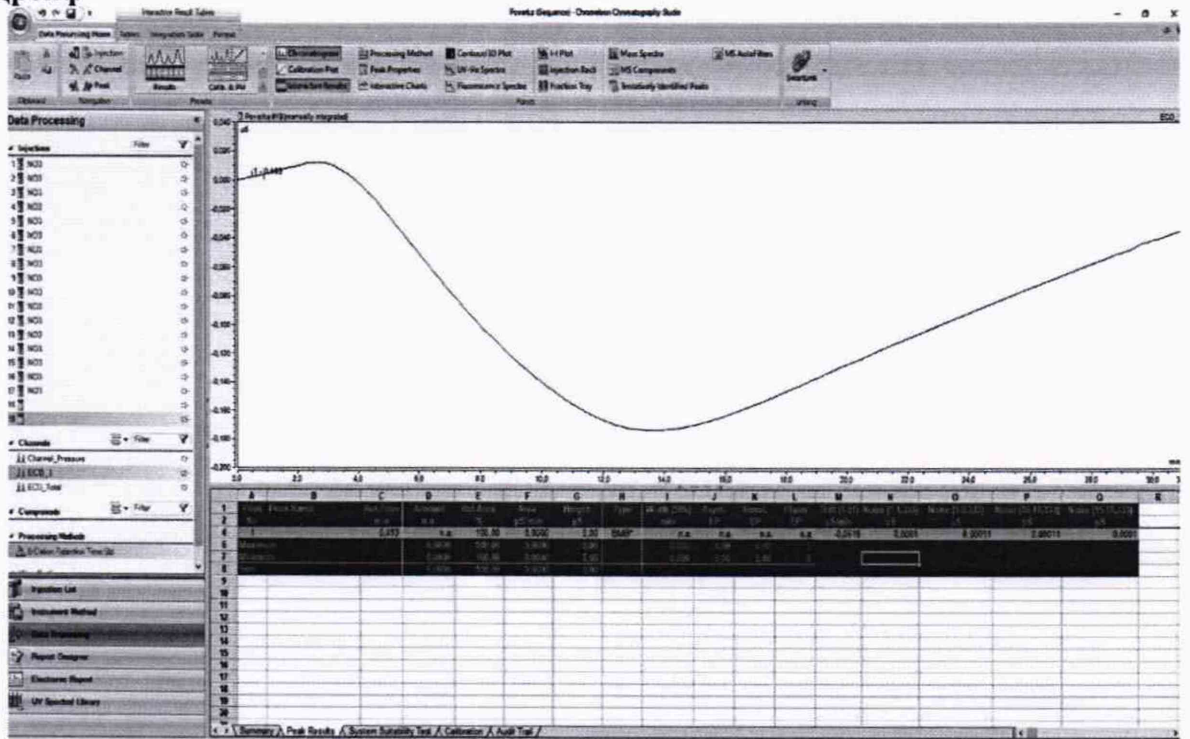
Организация собственник прибора	ООО «ААА»	
ИНН Организации	000000000000	
Прибор	Хроматограф Dionex ICS-6000	
Серийный номер прибора	000000000000	
Серийный номер детектора	000000	
Детектор	Фотометрический детектор VWD	
Условия	254 нм, элюент – вода, 1 мл/мин, постоянная времени 2 с	
Средство поверки	Кофеин 10 мг/л	
	Полученное значение	Допустимое значение
Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов по площади пика(%)	0,0014	1,5
Относительное среднее квадратическое отклонение выходных сигналов по времени удерживания(%)	0,0061	3,0
Шум с окном 20 секунд, е.о.п.	$8 \cdot 10^{-9}$	$40 \cdot 10^{-6}$
Дрейф нулевого сигнала, е.о.п./час	$3 \cdot 10^{-8}$	$200 \cdot 10^{-6}$
Относительное изменение выходного сигнала площади пика за 8 часов непрерывной работы, (%)	0,006	±5,0

Определение среднеквадратического отклонения выходного сигнала

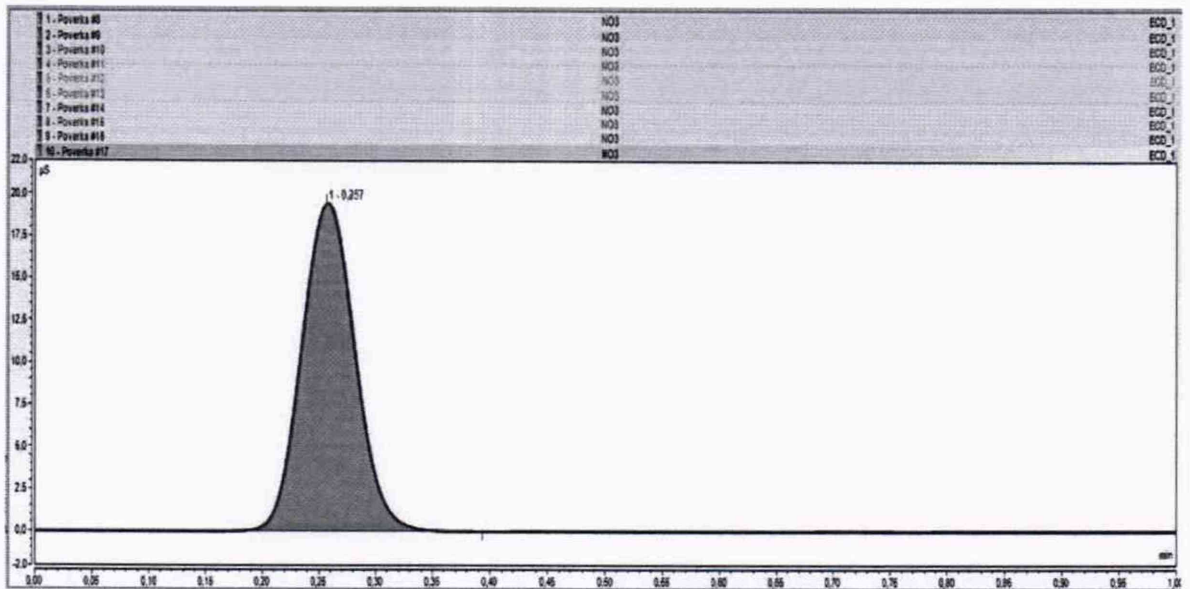
1 серия

No.	Name	Time	Area	Height
1	Caffeine	0,0469	0,3877	3,87
2	Caffeine	0,0469	0,3922	3,9
3	Caffeine	0,0468	0,3944	3,91
4	Caffeine	0,0468	0,3912	3,9
5	Caffeine	0,0469	0,3949	3,92
6	Caffeine	0,0468	0,3941	3,9
7	Caffeine	0,0468	0,395	3,93
8	Caffeine	0,0468	0,3948	3,93
9	Caffeine	0,0468	0,3939	3,92
10	Caffeine	0,0469	0,3955	3,94
11	Caffeine	0,0471	0,396	3,95
	Sum:	0,5155	4,33	43,076
	Average:	0,0469	0,394	3,916
	Rel.Std.Dev:	0,00141	0,00609	0,00575

Дрейф



Шум



Определение среднеквадратического отклонения выходного сигнала

2 серия

No.	Name	Time	Area	Height
1	Caffeine	0,047	0,388	3,89
2	Caffeine	0,047	0,392	3,9
3	Caffeine	0,047	0,394	3,9
4	Caffeine	0,047	0,391	3,9
5	Caffeine	0,047	0,395	3,92
6	Caffeine	0,047	0,394	3,9
7	Caffeine	0,047	0,395	3,93
8	Caffeine	0,047	0,395	3,93
9	Caffeine	0,047	0,3939	3,92
10	Caffeine	0,047	0,395	3,91
11	Caffeine	0,047	0,396	3,91
	Sum:	0,5117	4,3289	43,01
	Average:	0,047	0,39	3,91
	Rel.Std.Dev:	0,00	0,006	0,005